

**Coated press-surface layer for wear-resisting laminated plate and
laminated plate made using same**

Publication number: CN1278484 (A)

Publication date: 2001-01-03

Inventor(s): MUYUAN MA [US]; AULIVO J T [US]

Applicant(s): PRAMARK RWP HOLDINGS CO LTD [US]

Classification:

- International: B29C43/38; B29C43/02; B29C43/32; B29C70/40; B30B15/06; B32B15/20; B32B37/00; C23C14/06; B29C43/36; B29C43/02; B29C43/32; B29C70/04; B30B15/06; B32B16/20; B32B37/00; C23C14/06; (IPC1-7): B32B18/00; B32B27/04

- European: B30B15/06C; B32B37/10; C23C14/06H

Application number: CN20001018868 20000622

Priority number(s): US19990337788 19990822

Also published as:

 EP1063085 (A1) ZA200002321 (A) TW581727 (B) SG92709 (A1)

more >>

Abstract not available for CN 1278484 (A)

Abstract of corresponding document: EP 1063085 (A1)

A press plate for producing decorative laminate from resin impregnated paper, with alumina particles on its pressing surface, is coated with diborides selected from the group consisting of hafnium diboride, molybdenum diboride, tantalum diboride, titanium diboride, tungsten diboride, vanadium diboride, or zirconium diboride or mixtures thereof for making the press plate resistant to scratching. The preferred diborides are titanium and zirconium. The most preferred diboride is titanium. The color, gloss and surface appearance of laminate pressed with a titanium diboride coated press plate is substantially the same as laminate pressed with the press plate before coating.

Data supplied from the esp@cenet database — Worldwide

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

B32B 18/00

B32B 27/04

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 00118868.2

[43] 公开日 2001年1月3日

[11] 公开号 CN 1278484A

[22] 申请日 2000.6.22 [21] 申请号 00118868.2

[30] 优先权

[32] 1999.6.22 [33] US [31] 09/337,768

[71] 申请人 音雷马克 RWP 控股公司

地址 美国特拉华

[72] 发明人 马牧原

J·T·奥利佛

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事务所

代理人 段承恩

权利要求书 2 页 说明书 17 页 附图页数 0 页

[54] 发明名称 用于耐磨层压板的涂敷压制表面以及用其制造的层压板

[57] 摘要

一种用其压制表面上有氧化铝颗粒的树脂浸渍纸生产装饰层压板的压板，该压板用选自由二硼化铪、二硼化铝、二硼化钽、二硼化钛、二硼化钨、二硼化钒、或二硼化铈或它们的混合物组成的组中的二硼化物涂敷，使所述压板抵抗划伤。优选的二硼化物是钛和锆的二硼化物。最优选的二硼化物是钛的二硼化物。用二硼化钛涂敷的压板压制的层压板的颜色、光洁度和表面外观基本与用涂敷前的压板压制的层压板相同。

ISSN 1008-4274

001-06-22

权 利 要 求 书

1. 一种制造耐用层压板的方法，包括：

装配包括至少一个树脂浸渍层的叠层，其中，所述树脂浸渍层具有一定量的第一种物质，以向所述层压板至少部分提供所述要求的耐用性能；

布置一个压板靠近所述至少一个树脂浸渍层，使所述压板的一个表面与所述至少一个树脂浸渍层的第一个表面接触，其中，所述压板的所述表面已经涂敷了第二种物质，来为所述压板提供更强的对由于与所述第一种物质接触而产生的性能降低的抵抗能力，其中，进一步选择所述第二种物质，使得在所述压板的所述表面与所述至少一个树脂浸渍层的所述第一个表面相配合时，不会向所述树脂浸渍层传递不期望的颜色；和

将涂敷了所述第二种物质的所述压板的所述表面施加到所述树脂浸渍层的所述第一表面上。

2. 根据权利要求 1 的方法，其中，所述第一种物质是尺寸为 35 微米的氧化铝颗粒。

3. 根据权利要求 1 或 2 的方法，其中，所述压板施加在所述树脂浸渍层上，为所述耐用层压板提供一种要求的饰面。

4. 根据权利要求 3 的方法，其中，所述要求的饰面是光泽饰面或有纹理的饰面。

5. 根据权利要求 3 或 4 的方法，其中，控制用所述第二种物质对所述压板的所述表面的涂敷，使其适于在重复施加到具有所述第一种物质的树脂浸渍层上之后，在所述压板上保持所述饰面。

6. 根据权利要求 3 或 4 的方法，其中，控制用所述第二种物质对所述压板的所述表面的涂敷，使其适于在重复施加到至少 11 个具有所述第一种物质的树脂浸渍层上之后，在所述压板上保持所述饰面。

7. 根据权利要求 1-6 的任一项的方法，其中，所述压板施加到所述树脂浸渍层，向所述树脂浸渍层传递所述压板的所述表面的要求的性

00·06·22

能。

8. 根据权利要求 1-7 的任一项的方法，其中，所述第二种物质包括二硼化钛。
9. 根据权利要求 1-8 的任一项的方法，其中，所述第二种物质包括一种选自由二硼化铪、二硼化钼、二硼化钽、二硼化钨、二硼化钒、和二硼化锆组成的组中的二硼化物。
10. 根据权利要求 1-9 的任一项的方法，进一步包括：
对所述叠层和所述压板加热加压使所述树脂浸渍层固化。

00-06-22

说 明 书

用于耐磨层压板的涂敷压制表面以及用其制造的层压板

本申请是共同未决的美国专利申请序列号 No. 08/704, 165 的部分继续，美国专利申请序列号 No. 08/704, 165 的题目是“用于耐磨层压板的二硼化物涂敷的压制表面以及制造压制表面的方法”，1996 年 8 月 28 日提交，该申请本文引作参考。本文参考共同未决的美国专利申请序列号 No. 09/026, 166，标题为“用于耐磨层压板的二硼化物涂敷的压制表面以及制造压制表面的方法”，1998 年 2 月 19 日提交，该申请本文引作参考。本文参考共同未决的美国专利申请序列号 No. 09/001, 146，标题为“高扫描速度溅射涂敷生产有较小内在热应力的涂敷的、耐磨压板的方法”，1997 年 12 月 30 日提交，该申请本文也引作参考。

本发明涉及用于制造耐磨装饰层压板的涂敷耐磨压板，涉及压板的涂敷以及用这些压板制造层压板。在耐磨装饰层压板的压制表面上的粗砂，如氧化铝颗粒，可以划伤压板并降低用所述压板制造的层压板的外观质量。本发明的压板特别适用于制造耐磨的高光泽度装饰层压板。

在装饰层压板的制造中，在一定的温度和压力条件下把浸渍树脂的纸层在压板上压制，使所述树脂固化并把所述的层粘合在一起。高光泽度的压板赋予层压板高光泽度的表面。有纹理的表面赋予压板有纹理的表面。这些压板是非常均匀的，甚至显微尺度的不连续性也被降低到最低。通过观察其表面反射的图像并仔细考查反射图像的光学偏差可以确定高光泽度抛光压板的质量。层压板表面上的粗砂可以引起通常用于制造装饰层压板的不锈钢压板的划痕，因此破坏所述压板的显微尺度表面光泽。压板也可能被压板处理设备以及来自压制设备的碎片或用于制造层压板的材料划伤。

蜜胺树脂涂敷的装饰层压板在约 230-310° (110-155°C) 以及

00-06-22

300-2000psi (20-136bar) 的压力下压制，优选的压力是 750-1500psi (51-102bar)。加热到所述温度并冷却到室温导致所述层压板和压板明显膨胀和收缩，并且层压板和压板的膨胀和收缩不会相同，导致层压板的压制表面上的粗砂相对于所述压板的移动。

在国家电气制造协会 (NEMA) 标准印刷品 No. LD3 中提出光泽饰面(finish)层压板的光泽度为 70-100+。提出高光泽纹理饰面层压板的光泽度为 21-40。如 NEMA 标准 3.13.2 中提出，以 60 度角测量时，黑玻璃的光泽度为 94 ± 1 度，用于校正 60 度角光泽测量的光泽度计。

甚至只有用显微镜才能看到的高光泽度压板中的不连续性也能导致层压板的高光泽度表面产生可见的表面缺陷。高光泽度压板的任何划痕都能导致层压板的高光泽度表面产生可见的表面缺陷，并降低光泽度。

层压板的装饰表面上的粗砂赋予耐磨性，耐磨性是层压板的一种商业要求的性能。在装饰层压板中氧化铝颗粒常常用作所述粗砂。在 I. M. Hutchings, CRC 出版社, 1992 的“摩擦学：工程材料的摩擦与磨损”中提出氧化铝的维氏硬度为 1800-2000。颗粒尺寸的有用范围是约 10-75 微米。约 25-60 微米的粗砂是优选的。在约 40-60 微米的颗粒尺寸范围内获得最佳的耐磨性。（Lane 等人的美国专利 3,798,111）

已经提出最大颗粒尺寸为 9 微米的氧化铝可以有效用于赋予光泽装饰层压板耐磨表面。耐磨性定义为当层压板表面暴露于滑动物体的磨损作用时光泽层压板抵抗光泽度损失的能力。确认所得的层压板不满足认为是耐磨的 NEMA LD 3.01 的要求。但是，已经提出如果所述粗砂颗粒尺寸保持在小于 9 微米，基本不划伤光泽的压板。（Lex 等人的美国专利 4,971,855）

已经提出使用通过氮化硬化的 410 不锈钢板制造高光泽度装饰层压板。在压制 100 块带有 6 微米和 15 微米粗砂的高光泽度层压板后，所压制的层压板的光泽度保持良好到非常好。所述暴露于 6 微米的粗砂的氮化压板在 234 次循环后重新磨光，至少可以获得能再经历 103

次循环的可接受的层压板质量。暴露于 30 微米粗砂的氮化压板提供了有限的寿命。已经提出用于氮化的 410 不锈钢压板的 Rockwell "C" 硬度为 38-45, 氮化表面的 Rockwell "C" 硬度为 60-70. 根据在 ASM 在 1985 年第 9 版的 "金属手册, 力学实验" 第 8 卷中印刷的转换表, 410 不锈钢的相应维氏硬度为约 370-440. 根据在 ASM 在 1985 年第 9 版的 "金属手册, 力学实验" 第 8 卷中印刷的转换表, 氮化的 410 不锈钢的相应维氏硬度为约 500-1000. (Laurence 的美国专利 5,244,375)

已经用涂敷氮化钛的高光泽度压板压制了其表面有平均颗粒尺寸为 35 微米的氧化铝的层压板 (从 Mead Corporation 购得的 PGA822 表层)。在 10 次压制后, 所述氮化钛涂敷的压板每平方厘米有约 15 个划痕。一种对比的 410 不锈钢压板每平方厘米有约 500 个划痕。在 I. M. Hutchings, CRC 出版社 1992 年出版的 "摩擦学: 工程材料的摩擦与磨损" 中提出氮化钛的维氏硬度为 1200-2000.

所述对比压板和所述涂敷氮化钛的压板是从同一块不锈钢压板上切下来的。所述划痕在 40 倍的光学显微镜下可以看到。在磁控溅射涂敷系统中把氮化钛涂敷在 410 不锈钢高光泽度压板上。在 Sproul 的《表面与涂敷技术》, 49 (1991) 中的 "多阴极不平衡磁控溅射系统" 中提出了使用磁控溅射涂敷系统涂敷氮化钛涂层。在 Schiller 等人的《固态薄膜》, 33 (1976) 中的 "金属基质的一种新型溅射清洗系统" 中提出了使用磁控溅射涂敷系统清洗待涂敷表面。

此外, 用所述氮化钛涂敷的压板压制的层压板的颜色不同于用所述对比压板压制的层压板的颜色。认为与标准比较小于 (± 0.5) ΔE 的 ASTM D 2244 色差是相对于标准可用的颜色匹配。在标准和用所述氮化钛涂敷的压板压制的层压板之间的 ASTM D 2244 色差大于 (0.5) ΔE . 所述氮化钛涂敷的压板和用其压制的层压板有一种青铜色的外观。所述对比压板和用其压制的层压板没有青铜色的外观。用所述对比压板压制的层压板在与标准比较时, 其 ASTM D 2244 色差小于 (0.5) ΔE .

用 2-6 微米的二硼化钛溅射涂敷了铁基切削工具。在加速到 1300-

00-06-22

1800 伏的作为宽束离子束或氩离子束中进行所述的溅射。把二硼化钛靶作为阴极。把所述工具加热到约 200°C (392°F)。在约 4-6 毫托的真空中进行溅射。二硼化钛具有非常高的维氏显微硬度值，典型的约 3600，这不仅明显高于其它硼化物，而且也明显高于其它碳化物或氮化物。二硼化钛由于其高密度，例如 88% 的理论密度，30 微欧姆厘米的低电阻、40,000psi 的高强度，在 20-800°C (68-1472°F) 温度范围内约 8.1×10^{-6} 的热膨胀系数也特别引起注意。（Moskowitz 等人的美国专利 4,820,392）

Thornton 在《真空科学技术杂志》，第 11 卷，第 4 期（1974 年 7 月/8 月）中的“设备几何尺寸和沉积条件对厚溅射涂层的结构和外形的影响”以及 Thornton 等人在美国金属学会，Metals Park, Ohio 44073，第 9 版的金属手册的“溅射”，第 5 卷，412-416 页（1982）中提出了溅射涂层的控制条件。

需要一种在压板、连续带和其它压制表面上的硬质涂层，所述硬质涂层赋予层压板一种颜色，与标准比较，其 ASTM D 2244 色差小于 (± 0.5) ΔE。需要一种能够涂敷到压制表面上而不改变所述压制表面上饰面外观的一种涂层。需要一种压制表面，在用于压制用大于 10 微米，优选大于 25 微米的氧化铝颗粒涂敷的层压板时，不划伤所述压制表面。特别需要一种压制表面，在用于压制 ASTM 2457 60 度角光泽度大于 70 的高光泽度层压板时并且在所述层压板表面用 25-60 微米的氧化铝颗粒涂敷时，不划伤所述压制表面。

现在已经发现用二硼化物涂敷的压制表面制造的层压板的颜色、光泽度和表面外观基本上与使用涂敷前的压制表面制造的层压板的颜色和光泽度一样，所述二硼化物选自由二硼化铪、二硼化钼、二硼化钽、二硼化钛、二硼化钨、二硼化钒、或二硼化锆或者它们的混合物组成的组中。用于涂敷层压板压制表面的优选二硼化物是二硼化钛或二硼化锆。用于涂敷层压板压制表面的最优选二硼化物是二硼化钛。相信二硼化钛比本发明的其它二硼化物在工业上更常用于涂敷表面，因为它可以以更高的沉积速度在磁控溅射系统中溅射涂敷。

000·006·22

本发明的二硼化物涂层可以涂敷在层压板压制表面上，从而具有至少 2000 的维氏硬度，优选的是至少 2200，足以用于压制在所述层压板的压制表面上有 25-60 微米或更大的氧化铝颗粒的层压板而不划伤。约 3 微米的涂层具有足够的硬度来抵抗在层压板的压制表面上的氧化铝颗粒的划伤。在平面磁控溅射涂敷系统中，那些熟练使用这些系统的人可以控制所述涂层的硬度。

已经发现本发明的二硼化物涂层可以涂敷在压制表面上，具有足够的结合强度用于压制高压层压板。认为用金刚石划痕结合强度试验测定的最小结合强度为 1.6，优选为 1.8 公斤力 (kgf) 是足够的。大于 6 微米的二硼化物涂层由于在涂敷过程中产生的应力，可能具有较低的结合强度。

在把所述压制表面放入磁控溅射涂敷系统之前，通过彻底清洗所述压制表面增强了本发明的二硼化物涂层对所述压制表面的结合。在涂敷二硼化钛之前，通过用所述磁控溅射涂敷系统腐蚀所述压制表面进一步增强了结合力。清洗、阳极腐蚀、阴极腐蚀和用射频 (RF) 腐蚀可以通过熟悉磁控溅射涂敷系统的使用的那些人已知的方法进行。已经发现在涂敷本发明的二硼化物涂层之前，直接在所述压制表面上涂敷一层钛进一步增强了所述二硼化物的结合。那些熟悉使用磁控溅射涂敷系统技术的人知道通过清洗、腐蚀以及在涂层和基质之间使用中间层来改善结合强度。

提供制造耐用层压板的一种方法也是本发明的一个目的，所述方法包括：

- 用第一种物质溅射涂敷压板的一个表面，所述第一种物质增强所述压板对由于与第二种物质接触产生的性能下降的抵抗能力，其中，所述涂敷以选定的速度进行，来至少部分防止所述压板的翘曲；
- 布置所述压板靠近一种层压板材料附近，所述层压板材料包括至少一个第一层，所述压板的所述表面与所述第一层的第一个表面接触，其中，把一定量的所述第二种物质提供到所述第一

00-06-22

层上，至少部分为所述层压板提供耐用的特性。

- 把所述压板施加到所述的第一个表面上，为所述的第一个表面提供一种要求的性能。

根据本发明的另一个特征，在所述施加步骤中，所述压板的所述表面的特性传递到所述的第一个表面上。

根据本发明的另一个特征，所述压板的所述表面的所述特性传递到所述第一个表面上而没有同时传递所述压板的所述表面的不利的颜色特性。

根据本发明的另一个特征，提供到所述第一个表面上的所述要求的特性是要求的光泽饰面或者要求的纹理饰面。

根据本发明的另一个特征，所述第一层是一种树脂浸渍的纸层。

根据本发明的另一个特征，所述第一种物质包括一种二硼化物。

根据本发明的另一个特征，所述层压板与标准层压板比较，具有小于(0.5)E的ASTM D 2244色差。

根据本发明的另一个特征，通过向一种层压板材料施加一种压板制造所述标准层压板，所述压板没有用所述第一种物质涂敷。

根据本发明的另一个特征，所述涂敷以多层的形式进行，来至少部分防止所述压板的翘曲。

根据本发明的另一个特征，所述第一层是一种面板(overlay sheet)，并且所述第二种物质是35微米的氧化铝粗砂。

根据本发明的另一个特征，所述第一种物质是一种能够以比其它用于提供防护涂层的物质更高的沉积速度溅射涂敷的物质。

根据本发明的另一个特征，所述第一种物质能够以要求的结合强度涂敷到所述压板上。

根据本发明的另一个特征，所述要求的结合强度为1.6公斤力(kgf)。

根据本发明的另一个特征，所述方法还包括选择所述第二种物质的颗粒尺寸，为所述层压板提供耐久特性。

根据本发明的另一个特征，所述第一种物质的所述涂层厚度在3-6

000-016-20

微米之间。

本发明的另一个目的是提供一种层压板，包括一个表面层，所述表面层包括至少一个第一板，并且已经为所述第一板提供了预定量的第一种物质，来为所述层压板提供要求的防护特性，所述表面层通过与压板的第一个表面相互面接而具有要求的饰面，所述压板已经涂敷了第二种物质，该第二种物质适于增强所述压板对由于与所述第一种物质面接而产生的性能降低的抵抗作用，所述层压板至少是在所述压板重新磨光之前用所述压板形成的第十一个层压板，所述第十一个层压板基本具有与用所述压板形成的一个层压板相同的防护特性和相同的要求饰面。

根据本发明的另一个特征，所述层压板至少是在所述压板重新磨光之前用所述压板形成的第 161 个层压板。

根据本发明的另一个特征，所述层压板至少是在所述压板重新磨光之前用所述压板形成的第 761 个层压板。

根据本发明的另一个特征，还进一步选择了所述第二种物质，使其不向所述第一板传递不期望的颜色。

根据本发明的另一个特征，已经选择了所述第一种物质的所述预定量，来为所述层压板提供要求的耐磨性。

根据本发明的另一个特征，选择所述第一种物质的颗粒尺寸，来为所述层压板提供要求的强度。

根据本发明的另一个特征，所述第一种物质是 35 微米颗粒尺寸的氧化铝粗砂。

根据本发明的另一个特征，选择所述第一种物质的颗粒尺寸为所述层压板提供要求的耐磨性。

本发明的另一个目的是提供一种耐用的层压板，用下列方法制造：

向一叠的层压板材料的第一层提供要求量的第一种物质，来为所述层压板至少部分提供所述耐久特性；

用第二种物质以多层的方式涂敷压板的表面，增强对所述层压板对由于与所述第一种物质面接而产生的性能降低的抵抗作用；

000-016-22

布置所述压板靠近包括至少所述第一层的层压板材料的所述叠层，使所述压板的涂敷表面与所述第一层的第一个表面接触；

对所述第一层的第一个表面施加所述的压板，从而把所述压板的所述表面的要求饰面传递到所述第一层的所述第一个表面上；其中，在形成具有要求的耐久特性和要求的饰面的所述层压板之前，所述布置步骤和施加步骤已经重复至少 10 次，其中，在所述至少 10 次重复之间没有重新磨光所述压板。

根据本发明的另一个特征，在形成具有要求的耐久特性和要求的饰面的所述层压板之前，所述放置步骤和施加步骤已经重复至少 160 次，其中，在所述至少 160 次重复之间没有重新磨光所述压板。

根据本发明的另一个特征，在形成具有要求的耐久特性和要求的饰面的所述层压板之前，所述放置步骤和施加步骤已经重复至少 760 次，其中，在所述至少 760 次重复之间没有重新磨光所述压板。

根据本发明的另一个特征，所述第一层是一个树脂浸渍层。

根据本发明的另一个特征，在所述至少 10 次重复后形成的所述层压板具有由所述第一种物质提供的要求的防护特性，其中，所述第一种物质是氧化铝粗砂。

根据本发明的另一个特征，选择所述第一种物质的颗粒尺寸来为所述层压板提供要求的耐久性能。

根据本发明的另一个特征，所述第一种物质的所述选择的颗粒尺寸是至少 35 微米。

根据本发明的另一个特征，在所述至少 10 次重复后制造的所述层压板基本表现出与用没有涂敷所述第二种物质的压板制造的层压板相同的光泽度。

根据本发明的另一个特征，在所述至少 10 次重复后制造的所述层压板具有大于 70 的 ASTM 2457 60 度角光泽度。

提供一种用于生产层压板的压板的制造方法也是本发明的一个目的，该方法包括：用第一种物质涂敷所述压板的第一个表面，来提供对所述压板对由于与提供给第一层的第二种物质面接而产生的性能降

00-006-22

低的更强抵抗能力，选择所述第一种物质，使其不会由于所述面接而向所述第一层传递一种不期望的颜色。

根据本发明的另一个特征，所述第一种物质包括一种二硼化物。

根据本发明的另一个特征，所述方法还包括选择所述第一种物质的所述涂层的要求厚度，提供要求的硬度来抵抗由所述第二种物质产生的划伤。

根据本发明的另一个特征，所述涂层具有不大于 6 微米的厚度。

根据本发明的另一个特征，所述第一种物质包括二硼化钛。

根据本发明的另一个特征，所述第一种物质包括一种选自由二硼化铪、二硼化钼、二硼化钽、二硼化钨、二硼化钒、以及二硼化锆组成的组中的二硼化物。

根据本发明的另一个特征，所述方法还包括在涂敷所述压板的所述第一个表面之前，赋予所述压板的所述第一个表面要求的饰面。

根据本发明的另一个特征，所述涂敷步骤还包括选择一定量的待涂敷到所述第一个表面上的所述第一种物质的步骤。

根据本发明的另一个特征，所述涂敷步骤包括用多次扫描溅射涂敷所述压制表面，每次扫描涂敷预定量的所述第一种物质，从而防止所述压板的翘曲。

根据本发明的另一个特征，所述第二种物质是至少颗粒尺寸为 35 微米的氧化铝粗砂。

根据本发明的另一个特征，所述第一层是蜜胺树脂浸渍的纸层。

根据本发明的另一个特征，所述方法还包括通过选择涂敷所述压板的压力和温度控制所述压板的硬度。

根据本发明的另一个特征，控制涂敷所述压板的压力和温度，为所述压板提供至少 2000 的维氏硬度。

根据本发明的另一个特征，所述压板的要求硬度部分取决于所述第二种物质的颗粒尺寸。

根据本发明的另一个特征，所述压板包括一个平表面，并且所述平表面用第一种物质涂敷，来提供抵抗所述压板由于与提供给第一层

00-06-22

的第二种物质面接而产生的划伤，已经选择所述第一种物质，使其不会由于所述平表面与所述第一层面接而向所述第一层传递一种不期望的颜色。

根据本发明的另一个特征，把所述压板施加到所述层压板的层压板材料上，向所述层压板传递所述压板的要求的饰面。

根据本发明的另一个特征，所述要求的饰面是光泽的饰面或有纹理的饰面。

根据本发明的另一个特征，所述压板能生产多于 10 个具有要求饰面和要求的防护特性的层压板而不用重新磨光。

根据本发明的另一个特征，所述第一种物质包括一种选自由二硼化铪、二硼化钼、二硼化钽、二硼化钨、二硼化钒、以及二硼化锆组成的组中的二硼化物。

根据本发明的另一个特征，所述第一种物质包括二硼化钛。

根据本发明的另一个特征，所述平表面上的所述涂层是所述第一种物质的多层涂层，所述第一种物质的所述多层涂层为所述压板提供了至少 2000 的维氏硬度。

黑色的、高光泽度、高压层压板用表 1 所示的二硼化钛涂敷的压板压制。已经抛光了这些压板使其在涂敷二硼化钛之前赋予层压板约 100 的 ASTM D 2457 60 度角光泽度。在标准和用表 1 所示的用二硼化钛涂敷的压板压制的层压板之间的 ASTM D 2244 色差小于 (0.5) ΔE。表 1 所示的光泽度和色差是 10 个层压板上的测量值的平均值。

表 1

光泽度和色差

压板	60 度角的 ASTM 光泽度	ASTM 色差, ΔE
3000-1	101	0.20
3000-2	100	0.25
6000-1	101	0.35
6000-2	103	0.40
6000-3	102	0.30

000-006-22

6000-4	102	0.40
6000-5	103	0.45
6000-6	101	0.45

此外，高光泽度压板 3000-2 和对比压板已经用于 760 块高压、黑色、高光泽度层压板的压制，所述层压板在其压制表面上有平均颗粒尺寸为 35 微米的氧化铝颗粒。在约 1000psi (68bar) 和 280°F (138°C) 条件下用这些压板压制层压板。所述层压板的压制表面是市售的带有 35 微米氧化铝粗砂的面板（来自 Mead 的 PGA 822）。压板 3000-2 和对比压板是从一种高光泽度、410 不锈钢压板上切下来的，所述不锈钢压板已经抛光以赋予层压板约 100 的 ASTM D 2457 60 度角光泽度。压板 3000-2 和对比压板一条边约 12 英寸，另一条边 11 英寸。在磁控溅射涂敷系统中用约 5 微米的二硼化钛涂敷压板 3000-2。用 17 次扫描涂敷所述二硼化钛涂层，每次扫描涂敷约 3000 埃的二硼化钛。另一个板用作对比压板。

用所述对比压板压制的在其压制表面上有平均颗粒尺寸为 35 微米的氧化铝颗粒的第一块黑色、高光泽度层压板与标准相比，具有约 (0.25) ΔE 的 ASTM D 2244 色差。用压板 3000-2 压制的第一块黑色、高光泽度层压板与标准相比，具有约 (0.15) ΔE 的 ASTM D 2244 色差。

用所述对比压板压制的第一块黑色层压板具有约 100 的 ASTM D 2457 60 度角光泽度。用所述对比压板压制的第 760 块黑色层压板具有小于 70 的 ASTM D 2457 60 度角光泽度。所述对比压板在其压制约 160 块层压板之后赋予黑色层压板小于 90 的 60 度角光泽度。一般认为小于 90 的 60 度角光泽度在市场上不能用作高光泽度层压板。

用压板 3000-2 压制的这些 760 块黑色层压板具有约 100 的 ASTM D 2457 60 度角光泽度。在压制这些 760 块黑色层压板之后，在显微镜下观察压板 3000-2 的划伤，没有发现划伤。对比压板则严重划伤。

观察到在用表 1 所述的压板和对比压板压制的层压板的表面外观没有区别。

00-06-22

在一定的条件下，在磁控溅射涂敷系统中把二硼化钛涂敷到所述高光泽度压板上。还认为为了达到至少 2000 的维氏硬度，至少 3 微米的涂层是必须的，并且在涂层厚度为 6 微米或更大时，结合强度降低。正如熟悉该技术的那些人所熟知的，通过用本发明的二硼化物涂敷压板的温度和压力以及在压板上涂敷本发明的二硼化物所用的功率（安培和伏特）可以控制硬度和结合强度。

使用涂敷二硼化钛的有纹理的压板，下文的“压板 3000-3”，和对比压板压制多于 450 块高压、黑色、有纹理的、在其压制表面有平均颗粒尺寸为 35 微米的氧化铝颗粒的层压板。所述层压板在约 1000psi (68bar) 和 280°F (138°C) 下压制。压板 3000-3 和所述对比压板是从一种有纹理的、630 不锈钢压板上切下来的；所述不锈钢压板已经抛光以赋予层压板约 10 的 ASTM D 2457 60 度角光泽度。压板 3000-3 和所述对比压板的每条边约 12 英寸。压板 3000-3 在磁控溅射涂敷系统中用约 6 微米的二硼化钛涂敷。用 20 次扫描涂敷所述二硼化钛涂层，每次扫描涂敷约 3000 埃的二硼化钛。

用对比压板压制的该黑色、有纹理的层压板的第一块与标准相比，具有约 (0.22) ΔE 的 ASTM D 2244 色差。用压板 3000-3 压制的黑色、高光泽度层压板与标准相比，具有约 (0.08) ΔE 的 ASTM D 2244 色差。

用对比压板压制的该黑色层压板的第一块具有约 9.5 的 ASTM D 2457 60 度角光泽度。用对比压板压制的第 450 块黑色层压板具有约 8 的 ASTM D 2457 60 度角光泽度。用压板 3000-3 压制的这种黑色层压板具有约 10 的 ASTM D 2457、60 度角光泽度。

观察到在用压板 3000-3 和对比压板压制的层压板的表面外观没有区别。

清洗表 1 的压板和压板 3000-3，然后在平面磁控溅射涂敷系统中，在射频条件下进行腐蚀。然后在下列平均条件下，在所述磁控溅射涂敷系统中用二硼化钛涂敷这些压板。

清洗：

- 化学清洗 用乙醇、三氯乙烷和丙酮清洗

00-06-22

- 物理清洗 氮气吹过压板 5分钟

射频腐蚀条件

• 气体介质	氩气
• 英寸/分(厘米/分)扫描速度	1 (2.54)
• mTorr	10
• mA/平方英寸(mA/平方厘米)	3.5 (.54)
• KV	.75

二硼化钛涂敷条件

• 气体介质	氩气
• 英寸/分(厘米/分)扫描速度	1 (2.54)
• mTorr	7
• mA/平方英寸(mA/平方厘米)	83 (13)
• KV	.3

涂敷条件和性能

压板	扫描速度 Å/次扫描	扫描次数	厚度 微米	结合强度 kgf	硬度 kgf
3000-1	3000	14	4.2	1.7	2280
3000-2	3000	17	5.1	2.1	2830
3000-3	3000	20	5.5	2.0	2700
6000-1	6000	6	3.7	1.8	1940
6000-2	6000	6	3.7	1.8	2160
6000-3	6000	7	4.4	1.8	2250
6000-4	6000	7	4.3	2.0	2190
6000-5	6000	10	6	2.2	2880
6000-6	6000	10	6	2.0	2850

1 微米=10,000 Å 单位

制备了本发明的这些高光泽度三种压板，尺寸为 4 英尺×8 英寸。
这些压板为压板 3-1、3-2、3-3。这些压板在平面磁控放电条件下用
二硼化钛涂敷。

00-08-22

阳极腐蚀压板 3-1、3-2、3-3，然后在下列平均条件下，在平面磁控溅射涂敷系统中用钛和二硼化钛涂敷。在放入所述溅射涂敷系统之前，化学清洗这些压板。在腐蚀和涂敷过程中，这些压板的温度为约 300°F (149°C)。在该温度下，这些压板不翘曲。

清洗 (压板 3-1、3-2、3-3)

• 化学清洗 用乙醇、三氯乙烷和丙酮清洗

阳极腐蚀条件	压板 3-1	3-2	3-3
• 气体介质	氩气	氩气	氩气
• 英寸/分 (厘米/分)			
扫描速度	3 (7.6)	3 (7.6)	3 (7.6)
• mTorr	25	24	10
• mA/平方英寸 (mA/平方厘米)	4.6 (.72)	2.9 (.45)	2.9 (.45)
• KV	.24	.23	.24
• 扫描次数	1	1	5
钛涂敷条件	压板 3-1	3-2	3-3
• 气体介质	氩气	氩气	氩气
• 英寸/分 (厘米/分)			
扫描速度	3 (7.6)	3 (7.6)	3 (7.6)
• mTorr	1.6	1.2	2.7
• mA/平方英寸 (mA/平方厘米)	71(11)	75(12)	70(11)
• KV	.52	.60	.50
• Ti 扫描次数	1	1	1
二硼化钛涂敷条件	压板 3-1	3-2	3-3
• 气体介质	氩气	氩气	氩气
• 英寸/分 (厘米/分)			
扫描速度	3 (7.6)	3 (7.6)	3 (7.6)
• mTorr	1.6	1.2	2.7

00-06-22

• MA/平方英寸 (mA/平方厘米)	71(11)	75(12)	70(11)
• KV	.52	.60	.50
• TiB ₂ 扫描次数	8	12	18
• 沉积速度 (Å/次扫描)	4125	5500	3000
TiB ₂ /Ti 涂层的性能	压板 3-1	3-2	3-3
• 厚度 (微米)	3.3	6.6	5.4
• 结合强度 (kgf)	*	1.2*	**
• 硬度 (kgf)	2000	2500	**

* 在层压板的压制过程中, TiB₂/Ti 涂层从压板 3-1 和 3-2 分离。
** 没有测量压板 3-3 的硬度和结合强度。硬度和结合强度试验损坏了压板的表面。

已经使用压板 3-3 压制了多于 1200 块的高压、黑色、高光泽度的在其压制表面有平均颗粒尺寸为 35 微米的氧化铝粗砂的层压板。在压制这 1200 块层压板后, 观察压板 3-3 的划伤, 没有发现划伤。在压板 3-1 和 3-2 上的二硼化钛涂层在压制不到 100 块层压板后从所述不锈钢基板上脱离。

已经使用本发明的二硼化锆涂层的高光泽度压板和一种对比压板各压制 10 块黑色、高光泽度层压板。所述层压板与标准比较具有约 (0.26) ΔE 的 ASTM D 2244 色差和约 100 的 ASTM D 2457 60 度角光泽度。观察到用锆涂层的和对比的压板压制的层压板的表面外观没有区别。

本发明的二硼化锆涂层的压板已经用于压制 10 块黑色、高光泽度的在其压制表面上有平均颗粒尺寸为 35 微米的氧化铝粗砂的高光泽度层压板。所述层压板在约 1000psi (68 bar) 和 280°F (138°C) 下压制。市售的带有 35 微米氧化铝粗砂的面板 (来自 Mead 的 PGA822) 是所述层压板的压制表面。在所述 10 块层压板压制之后, 在所述压板上没有观察到划伤。

所述二硼化锆压板从高光泽度、410 不锈钢压板上切割下来, 所述

00-06-23

不锈钢压板已经抛光来赋予层压板约 100 的 ASTM D 2457 60 度角光泽度。从所述压板上切割两块每条边 12 英寸的压板。一块压板在平面磁控溅射涂敷系统中涂层约 5 微米的二硼化锆。该压板在涂层所述二硼化钛涂层之前，在射频条件下腐蚀约 15 分钟。在下列平均条件下，在平面磁控溅射涂敷系统中，用 15 次扫描涂层 6 微米的二硼化锆涂层，每次扫描涂层约 4,000 埃的二硼化锆。

清洗：

- 化学清洗 用乙醇、三氯乙烷和丙酮清洗
- 物理清洗 氮气吹过压板 5 分钟

射频腐蚀条件

- 气体介质 氩气
- 英寸/分(厘米/分) 扫描速度 1 (2.54)
- mTorr 10
- mA/平方英寸 (mA/平方厘米) 3.5 (.54)
- KV .75

二硼化锆涂层条件

- 气体介质 氩气
- 英寸/分(厘米/分) 扫描速度 1 (2.54)
- mTorr 7
- mA/平方英寸 (mA/平方厘米) 56 (9)
- KV .4

在磁控溅射涂敷系统中用氮化钛涂层的 6 英寸 x 6 英寸 (15.24cm x 15.24cm) 的压板压制黑色层压板。表 3 表示的实验结果是用每种压板压制 5 块层压板的平均结果。

表 4

用氮化钛涂层的压板压制的层压板

	对比 #8	TiN #8	对比 #9	TiN #9
60 度角 ASTM 光泽度	100	95	100	95
ASTM 色差 ΔE	0.30	0.75	0.35	0.90

00-06-22

用氮化钛涂敷的压板压制的层压板的光泽度低于用所述对比压板压制的层压板的光泽度。用氮化钛涂敷的压板压制的层压板的颜色明显不同于用未涂敷的对比压板压制的层压板的颜色。氮化钛涂敷的压板和用氮化钛涂敷的压板压制的层压板有一种青铜色的外观。

用在磁控溅射涂敷系统中用氮化铌涂敷的 6 英寸×6 英寸 (15.24cm×15.24cm) 的压板压制了黑色层压板。表 4 表示的实验结果是用每种压板压制 5 块层压板的平均结果。

表 5

用氮化铌涂敷的压板压制的层压板

黑色、高光泽度层压板	对比	B3 (3μm)	B5 (5μm)
60 度角 ASTM 光泽度	106	102	101
ASTM 色差ΔE	0.09	0.65	0.85

用氮化铌涂敷的压板压制的层压板的光泽度低于用在其涂敷之前的压板压制的层压板的光泽度。用氮化铌涂敷的压板压制的层压板的颜色明显不同于用在其涂敷之前的压板压制的层压板。

已经用在磁控溅射涂敷系统中用类金刚石涂层涂敷的 6 英寸×6 英寸 (15.24cm×15.24cm) 的压板压制了黑色层压板。所述层压板粘在所述类金刚石涂层的压板上，并且在分离时损坏。

在具体地描述本发明的说明性实施方案的同时，将会理解的是，对于本领域的熟练技术人员，各种其它改进是明显的并且很容易做出而不离开本发明的精神和范围。因此，并不打算把本文所附权利要求书的范围限制于本文所提出的实施例和描述中，而应理解所附权利要求包括在本发明中存在的可专利的新颖性的所有特征，包括可以被本领域的熟练技术人员理解为与其等价的本发明具有的所有特征。